

T/GXAF

团 体 标 准

T/GXAF 0017—2024

有机肥料 有机质含量的测定 电位滴定法

Organic fertilizers—Determination of organic matter content
—Potentiometric titration method

2024 - 12 - 30 发布

2025 - 01 - 01 实施

广西肥料协会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由广西壮族自治区分析测试研究中心提出。

本文件由广西肥料协会归口并宣贯。

本文件起草单位：广西壮族自治区分析测试研究中心、广西南环检测科技有限公司、广西壮族自治区南宁生态环境监测中心、广西西大检测有限公司、广西益谱检测技术有限公司、广西梧州市中冠检测技术服务有限公司、广西聚合丰生物科技有限公司、平南县公共检验检测中心、广西惠旺尔农业科技有限公司、广西坤泰化工科技有限公司、广西壮族自治区地质矿产测试研究中心、广西梧州粤桂合作特别试验区投资开发有限公司、广西添美农业科技有限公司、广西丹宝利酵母有限公司、安琪酵母（崇左）有限公司、广西高林肥业有限责任公司。

本文件主要起草人：潘扬昌、韦英亮、陈桂鸾、黄一帆、梁杰、韦树燕、范磊、范晓苏、黄殿贵、杨振媚、韦猛、邓艺萍、杨家梅、班雁华、盘杨桂、陆云、张思敏、梁鑫佳、班书浩、陈艳、何禹钦、覃柳妹、闭世勇、覃石凤、韦金玉、覃保林、李健、何焕、谢敏蓉、黄孜祺、韦丽丽、蓝贵婵、钟华庆、陆银英、韦冠、黄丽燕、易昊旻、何霄宇、林敬宜、覃锐鸣、沈方科、周权能、吕贵升、秦华莲、吴菁、郑海羽、周建群、闫凤娇、冯桂冬、黄本文、杨钧、唐孟甜、钟海峰、钟坤生、何敏、钟梅婷、朱言覃、李宝生、周淳杨、王健、张磊、黄明峰、高广、卢立香、黄树柳、林柳娟、杨启军、覃榕耐、高信雄、范烜、李丹红。

有机肥料 有机质含量的测定 电位滴定法

1 范围

本文件描述了有机肥料有机质含量测定的电位滴定法。
本文件适用于有机肥料中有机质含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 8576 复混肥料中游离水含量的测定 真空烘箱法
GB/T 12805 实验室玻璃仪器 滴定管
NY/T 525—2021 有机肥料
HG/T 2843 化肥产品 化学分析中常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

3 术语和定义

NY/T 525—2021界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

在有机肥料样品中加入定量的重铬酸钾溶液，在强酸性以及加热条件下发生氧化还原反应，剩余的重铬酸钾用硫酸亚铁铵标准溶液进行滴定，电位法判定终点，通过同步空白试验可计算出氧化剂的消耗量进而得出样品中有机质的含量。

5 主要仪器和试剂

除非另有说明外，在实验过程中使用分析纯试剂，所用的水应满足 GB/T 6682 中三级水的要求，所用的溶液均应满足 HG/T 2843 的要求。

5.1 分析天平

感量为 0.1 mg。

5.2 石墨消解炉

5.3 电位滴定仪

宜使用电位计或电位滴定仪。

5.4 指示电极

铂电极。

5.5 参比电极

银/氯化银或甘汞电极。

5.6 滴定装置

符合GB/T 12805中A级规定的50 mL的酸式滴定管。

5.7 二氧化硅:粉末状。

5.8 硫酸 ($\rho=1.84 \text{ g/mL}$)。

5.9 重铬酸钾 ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)—硫酸溶液: $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.8 \text{ mol/L}$

称取39.2 g重铬酸钾置于2L烧杯中,加500 mL水溶解,在不断搅拌下慢慢加入500 mL浓硫酸(5.8),搅拌均匀,冷却备用。

5.10 重铬酸钾 ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) 标准溶液: $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.2000 \text{ mol/L}$

在小烧杯中称取9.8062 g重铬酸钾基准物质(经过 $120 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 干燥至恒重),加入适量水溶解,定量转移至1 L容量瓶中,加水至刻度线,摇匀备用。

5.11 硫酸亚铁铵标准溶液: $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]=0.2 \text{ mol/L}$

在1L烧杯中称取80 g六水合硫酸亚铁铵,加入适量水溶解后,加水至400 mL左右,在不断搅拌下慢慢加入100 mL浓硫酸(5.8)。冷却后,转移到1 L棕色容量瓶中,用水定容,混匀。使用前按以下步骤进行标定。

准确移取20.00 mL重铬酸钾溶液(5.10)至400 mL的高型烧杯中,加入200 mL水。加入10 mL硫酸(5.8)。用待标定的硫酸亚铁铵标准溶液进行滴定,用电位滴定法判断终点,根据其消耗体积,即可计算出硫酸亚铁铵标准滴定溶液的准确浓度,具体按式(1)计算:

$$c_2 = \frac{c_1 \times V_1}{V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c_1 ——重铬酸钾 ($1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) 标准溶液的物质的量浓度,单位为 mol/L;

c_2 ——硫酸亚铁铵 $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ 标准溶液的物质的量浓度,单位为 mol/L;

V_1 ——移取重铬酸钾 ($1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) 标准溶液的体积,单位为 mL;

V_2 ——硫酸亚铁铵 $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ 标准溶液消耗的体积,单位为 mL。

6 试验步骤

6.1 样品制备

按照NY/T 525—2021中5.4的规定执行。

6.2 水分测定

按照GB/T 8576的规定执行。

6.3 氧化

称取风干样品(6.1) 0.1 g~0.25 g(精确到0.0001 g),置于100 mL硬质玻璃试管中,用移液管准确加入0.8 mol/L重铬酸钾—硫酸溶液(5.9) 20.00 mL,在试管口插入一个合适的小漏斗,置于已升温至 $190 \text{ }^\circ\text{C} \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$ 的石墨消解炉中加热 $10 \text{ min} \pm 0.5 \text{ min}$ 。取出试管,冷却至室温,用适量纯水冲洗小漏斗至试管中,将试样定量转移至100 mL容量瓶中,加水定容,摇匀备用。

6.4 滴定

吸取50.00 mL试样(6.3)至400 mL的高型烧杯中,加入5.0 mL浓硫酸(5.8),并加水至200 mL左右,用硫酸亚铁铵标准溶液(5.11)进行滴定。如已知样品大致浓度,可快速加入滴定剂,直到距离终

点5 mL左右再继续以一定的速度（如0.05 mL或逐滴）加入滴定剂，每滴一次达到电位平衡后，记录滴定管读数和电位值，继续滴定通过终点，并由滴定曲线确定终点。具有识别等当点功能的自动电位滴定仪可由仪器自动确定终点。

当 $V < V_0/3$ 时（ V_0 及 V 的含义见第7章），则应减少称样量，重新测定。

6.5 空白试验

用二氧化硅代替试样进行空白试验，其他步骤同试样溶液的测定，空白试验应做双平行，滴定剂消耗体积取平均值。空白平行试验的滴定结果相对偏差应小于0.2%，否则，应查找原因并重新进行空白试验。

7 结果计算及表述

以质量分数 ω （%）表示有机质的含量，按公式（2）计算。

$$\omega = \frac{c_2(V_0 - V) \times D \times 3 \times k}{m(1 - X_0) \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c_2 ——硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]$ 标准溶液的物质的量浓度，单位为 mol/L；

V_0 ——空白试验时消耗硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]$ 标准溶液的体积，单位为 mL；

V ——样品测定时消耗硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]$ 标准溶液的体积，单位为 mL；

D ——分取倍数，定容体积/分取体积，100/50；

m ——风干试样质量，单位为 g；

X_0 ——风干试样的水分含量，以小数点表示；

3——0.25 摩尔碳原子对应的质量，单位为 g/mol；

k ——换算系数，一般取 $k=1.724$ 。

以2次平行测定的算术平均值作为最终测定结果，保留三位有效数字。

8 允许差

平行测定结果的绝对差值应符合表1的要求。

表 1 平行测定结果的绝对差值要求

有机质的质量分数（ ω ），%	绝对差值，%
$\omega \leq 20$	0.5
$20 < \omega < 30$	0.7
$\omega \geq 30$	0.9